ida.



# KOREAN PATENT ABSTRACTS(KR)

Document Code:A

(11) Publication No.1020020088127

(21) Application No.1020010027037

(43) Publication.Date. 20021127 (22) Application Date. 20010517

(51) IPC Code: C23C 16/18

(71) Applicant: POSTECH FOUNDATION

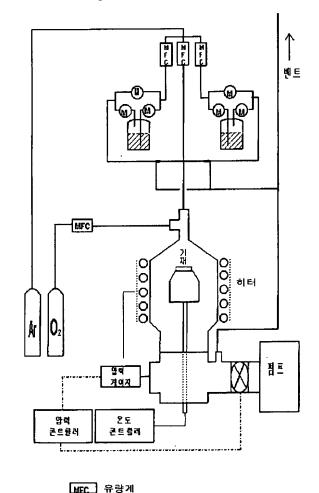
(72) Inventor: LEE. GYU CHEOL PARK, WON IL

(30) Priority:

(54) Title of Invention

PROCESS FOR THE FORMATION OF MAGNESIUM OXIDE THIN FILMS BY METAL ORGANIC CHEMICAL VAPOR **DEPOSITION (MOCVD)** 

# Representative drawing



if display of image is failed, press (F5)

# (57) Abstract:

PURPOSE: A process for forming magnesium oxide thin films on not only crystalline substrates but also amorphous substrates by metal organic chemical vapor deposition (MOCVD) is provided.

CONSTITUTION: The process is characterized in that magnesium oxide thin films are deposited on amorphous substrates at pressures of 10^-3 to 760 mmHg and at 200 to 700 deg.C while introducing a metal organic containing Mg, a gas containing oxygen or an organic containing oxygen through respective lines into a reactor. The metal organic containing Mg is selected from the group consisting of bis cyclopentadienyl magnesium, bis methylcyclopentadienyl magnesium, bis ethyl chloro pentadienyl magnesium, bis pentamethyl chloro pentadienyl magnesium, magnesium acetate, magnesium acetate anhydride and magnesium acetylacetonate. The gas containing oxygen is O2, O3, NO2, moisture or CO2. The organic containing oxygen is methylethylketone.

© KIPO 2003



# (19) 대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. CI. <sup>7</sup> C23C 16/18		(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2003년 12월 06일 10-0408820 2003년 11월 26일
(21) 출원번호 (22) 출원일자	10-2001-0027037 2001년05월 17일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	특2002-0088127 2002년11월27일
(73) 특허권자	학교법인 포항공과대학교	-	
(72) 발명자	경북 포항시 남구 효자동 산31번지 이규철		
	경상북도 포항시 남구 지곡동 박원일	756번지 교수아파트	9–2202
(74) 대리인	경상북도 포항시 남구 효자동 포항공과대학교 재료금속공학 과 오규환, 장성구		
심사관 : 조지훈			

# (54) 유기금속 화학증착법에 의한 산화마그네슘계 박막 형성 방법

### 요약

본 발명은 유기금속 화학증착법에 의한 산화마그네슘계 박막의 제조방법에 관한 것으로서, 마그네슘-항 유 유기금속 및 산소-함유 기체 또는 유기물을 반응기에 주입시키면서 10<sup>-3</sup> 내지 760 mmHg의 압력, 200 내지 700℃의 내부온도 조건하에서 다양한 기재 위에 막을 성장시키는 것을 포함하는 본 발명에 따른 유 기금속 화학증착법에 의하면, 결정형 기재뿐만 아니라 무정형 기재상에서도 결정성이 우수한 산화마그네 슘계 박막을 성장시킬 수 있다.

대표도

F1

명세서

# 도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 사용되는 유기금속 화학증착 장치의 개략도이고.

도 2는 본 발명에 따른 실시예로부터 제조된, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001) 기재 위에 형성시킨 산화마그네슘 막의 X-선 회절법(XRD) θ-2θ 스캔 결과를 나타낸다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

# 발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 유기금속 화학증착법(metal-organic chemical vapor deposition; MOCVD)에 의한 산화마그네슘 계 박막의 제조방법에 관한 것으로, 구체적으로는 반응물질들을 별개의 라인을 통해 반응기에 주입시키면서 상압 뿐만 아니라 저압 반응 조건하에서 유기금속 화학증착법에 의해 산화마그네슘계 박막을 제조 하는 방법에 관한 것이다.

최근 플라즈마 패널 디스플레이(plasma panel display; PDP)의 보호막 및 이차 전자 방출용으로 산화마 그네슘계(MgO) 박막에 관해 많은 연구가 진행되어 왔다. 특히 스퍼터링(sputtering) 및 열(thermal) 또 는 전자 빔 증착(electron beam evaporation)을 이용한 물리적 증착법을 이용하여 MgO 박막을 제조함으 로써, 플라즈마 패널 디스플레이의 상업화가 가능해졌다. 그러나 상기 물리적 증착법은 비교적 고진공 이 요구되고, 넓은 면적 위에 박막을 증착시키기 어려우며, 장치가 복잡하고 장비 제작에 고비용이 소요 되는 단점을 갖는다.

이러한 단점을 극복하기 위하여, 가스 형태의 반응물질간의 화학반응에 의해 박막을 성장시킴으로써 넓 은 면적의 박막 증착이 가능하고, 이에 따라 MgO 박막의 주된 응용성인 PDP 보호막 개발에 매우 유리하 며, 또한 대량생산이 가능하고, 용이한 도핑 조절 및 저온 증착의 장점을 갖는 화학적 증착법이 요구되 고 있다.

이에 본 발명자들은 화학적 증착법으로서 유기금속 화학증착법(MOCVD)을 이용하여, 상압(760 mHg) 및 저압(10<sup>-3</sup> mmHg) 조건에서 고품위의 MgO 박막을 성장시키는 방법을 개발하기에 이른 것이다.

### 발명이 이루고자하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 유기금속 화학증착법에 의해 산화마그네슘 박막을 대량으로 제조하는 방법을 제공하기 위한 것이다.

### 발명의 구성 및 작용

상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명에서는, 마그네슘-함유 유기금속, 및 산소-함유 기체 또는 유기물을 별개의 라인을 통해 반응기에 주입시키면서, 10<sup>-3</sup> 내지 760 mmHg의 압력, 200 내지 700℃의 내부온도 조건하에서 다양한 기재 위에 막을 성장시키는 것을 포함하는, 유기금속 화학증착법에 의한 산화마그네슘계 박막의 제조방법을 제공한다.

이하 본 발명에 대하여 보다 상세히 설명한다.

도 1은 본 발명에 사용되는 유기금속 화학증착 장치의 개략도로서, 본 발명의 산화마그네슘계 박막 제조 방법에 따르면, 유기금속과 산소함유 물질을 별개의 라인을 사용하여 증착 장치내로 도입하고 장치를 상 압 또는 저압, 및 200 내지 700℃로 유지하면서 산화마그네슘 박막의 증착을 수행할 수 있다.

본 발명에 사용되는 마그네슘-함유 유기금속으로는 비스사이클로펜타다이에닐마그네슘(biscyclopentadienyl-Mg,  $(C_5H_5)_2M_9$ ), 비스메틸사이클로펜타디에닐마그네슘(bis-methylcyclopentadienyl-Mg,  $(C_6H_7)_2M_9$ ), 비스메틸라디에닐마그네슘 (bis-ethylcyclopentadienyl-Mg,  $(C_2H_5C_5H_4)_2M_9$ ), 비스펜타메틸클로펜타디에닐마그네슘 (bis-pentamethylcyclopentadienyl-Mg,  $[(CH_5)_3C_5]_2M_9$ ), 마그네슘 아세테이트  $(M_9(OOCCH_3)_2 \cdot 2H_2O)$ , 마그네슘 아세테이트 무수물 $(M_9(OOCCH_3)_2)$  및 마그네슘 아세틸아세토네이트 $(M_9(C_5H_7O_2)_2 \cdot H_2O)$  등을 들 수 있다. 이들 유기금속들의 기화온도는  $(M_9(OOCCH_3)_2)$  범위를 갖는다. 상기 유기금속은 기화된 후, 운반기체로서 비활성기체, 예를 들면 아르곤에 의해 중착 장치내로 도입된다.

또한, 본 발명에 사용되는 산소-함유 기체로는  $0_2$ ,  $0_3$ ,  $NO_2$ , 수증기 및  $CO_2$  등을 들 수 있으며, 산소-함유 유기물로는 메틸에틸케톤( $C_4H_8O$ ) 등이 있다.

본 발명에서 사용될 수 있는 산화마그네슘계 박막의 기재로는 통상적인 것이 사용될 수 있으며, 대표적으로는 유리, 석영, Si $0_2/Si$ , Si, Al $_2O_3(0001)$  및 Al $_2O_3(1100)$  등이 있다.

본 발명에 의해 형성된 산화마그네슘 박막은 우수한 결정성을 보이며, 또한 본 발명의 방법에 의하면 산화마그네슘 박막을 대량으로 제조할 수 있다.

이하, 본 발명을 하기 실시예에 의거하여 좀더 상세하게 설명하고자 한다. 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하기 위한 것일 뿐 한정하지는 않는다.

# 실시예

도 1에 도시된 유기금속 화학증착 장치를 사용하여 유리, 석영, SiO<sub>2</sub>/Si, Si 및 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001)의 기재 위에 MgO 막을 형성시켰다. 반응물질로서 비스사이클로펜타다이에닐마그네슘(Cp<sub>2</sub>Mg) 및 O<sub>2</sub>를 사용하고, 운반기체로서 아르곤을 사용하였다. 분리된 라인들을 통해 상기 반응물질들을 각각 반응기 내로 주입하고, 이때 Cp<sub>2</sub>Mg 및 O<sub>2</sub>의 농도를 각각 1x10<sup>-5</sup> ~ 1x10<sup>-2</sup> mmHg 및 O.1 ~ 0.6 mmHg으로, 흐름 속도를 각각 10-100 및 20-100 sccm(standard cubic centimeters per minute)의 범위로 조절하였다. 약 1시간에 걸쳐 막 성장이 진행되는 동안 반응기 내의 압력은 5 mmHg로, 온도는 500℃로 일정하게 유지하였다.

증착반응을 완료한 후, 표면 윤곽측정법(surface profilometry) 및 단면 주사 전자 현미경법으로 측정한 결과, 형성된 산화마그네슘 막의 두께는 1.5㎞이었다. 이어, 형성된 산화마그네슘 박막의 결정 배향 및 광학적 특징을 X-선 회절법(XRO)으로 결정하였다.

## X선 회절법(XRD)에 의한 결과 분석

대표적으로  $Al_2O_3(0001)$  기재 위에 형성된 MgO 막의 XRD  $\theta-2\theta$  스캔 결과를 도 2에 나타내었다. 상기 막은 기재 피크 이외에 두드러진 MgO(111) 피크를 나타냄으로써, MgO 박막이 기재 표면에 (111) 방향을 따라 크게 배향되었음을 알 수 있다. 한편, 유리, 석영 및  $SiO_2/Si$ 와 같은 무정형 기재 위에서도 MgO XRD 피크가 관찰됨으로써 MgO 박막이 성장되었음을 알 수 있다.

### 발명의 효과

본 발명에 따라 형성된 산화마그네슘계 막은 결정형 기재뿐만 아니라 무정형 기재상에서도 결정성이 우수한 박막으로 성장하여 다양한 광소자 및 전자 소자에 효율적으로 사용될 수 있으며, 본 발명의 방법에 의하면 이러한 우수한 특성의 산화마그네슘 박막을 대량으로 제조할 수 있다.

본 발명의 단순한 변형 내지 변경은 이 분야의 통상의 지식을 가진 자에 의하여 용이하게 실시될 수 있으며, 이러한 변형이나 변경은 모두 본 발명의 영역에 포함되는 것으로 볼 수 있다.

# (57) 청구의 범위

# 청구항 1

마그네슘-함유 유기금속의 증기, 및 산소-함유 기체 또는 산소-함유 유기용매를 별개의 라인을 통해 반응기에 주입시키면서 기재와 접촉시켜 기재 위에 막을 성장시키는 것을 특징으로 하는, 유기금속 화학증 창법에 의한 산화마그네슘계 박막의 제조방법.

### 청구항 2

삭제

#### 청구항 3

제1항에 있어서,

마그네슘 함유 유기금속이 비스사이클로펜타다이에닐마그네슘, 비스메틸사이클로펜타디에닐마그네슘, 비스메틸클로펜타디에닐마그네슘, 비스펜타메틸클로펜타디에닐마그네슘 아세테이트, 마그네슘 아세테이트 무수물 및 마그네슘 아세틸아세토네이트로 이루어진 군으로부터 선택된 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서.

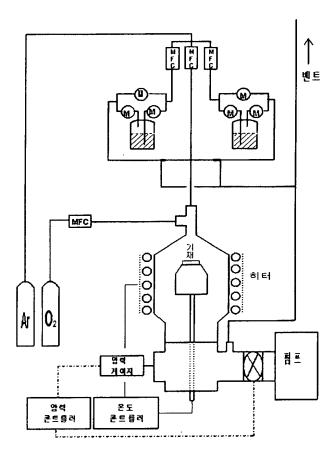
산소-함유 기체가 0<sub>2</sub>, 0<sub>3</sub>, N0<sub>2</sub>, 수증기 또는 CO<sub>2</sub>인 것을 특징으로 하는 방법.

### 청구항 5

제1항에 있어서.

산소-함유 유기용매가 메틸에틸케톤인 것을 특징으로 하는 방법.

도면



MFC 유량계

